

微波加热法提取柚果皮果胶的工艺

刘焕云, 李慧荔, 顿博影

(河北经贸大学生物科学与工程学院, 石家庄 050061)

摘要: 对新鲜柚果皮中果胶进行微波提取, 采用咔唑比色法测定提取液中的果胶含量。探讨了料液比、微波功率、微波处理时间、盐析条件等对果胶得率和半乳糖醛酸含量的影响, 运用 $L_9(3^4)$ 正交试验对微波加热提取果胶的工艺条件进行了优化。结果表明: 微波功率对果胶得率有极显著影响, 微波处理时间影响较小。较佳工艺是: 液料比 (V/m) 8:1, 调 pH 值为 2.0, 微波功率 640 W, 处理时间 8 min, 盐析饱和硫酸铝用量与酸萃取液比例为 3:5, 此条件下提取柚果皮果胶得率为 4.457%, 果胶的半乳糖醛酸含量为 42.58%。

关键词: 柚果皮; 果胶; 微波加热法

中图分类号: TS2

文献标识码: B

文章编号: 1002-6819(2008)-8-0302-03

刘焕云, 李慧荔, 顿博影. 微波加热法提取柚果皮果胶的工艺[J]. 农业工程学报, 2008, 24(8): 302-304.

Liu Huanyun, Li Huili, Dun Boying. Extraction of pectin from shaddock peel by microwave heating[J]. Transactions of the CSAE, 2008, 24(8): 302-304. (in Chinese with English abstract)

0 引言

果胶是广泛存在于植物细胞壁上的一类复杂多糖, 为内部细胞的支撑物质^[1-3]。柑橘、柠檬、柚子等果皮中约含 6.0% 果胶, 是果胶的最丰富来源。近年来, 果胶作为食品和药物的重要添加剂和改良剂, 被广泛应用于食品、化工、医药等领域^[4,5]。据报导^[6,7], 全世界果胶的年需求量近 2 万 t, 并以每年 15% 左右的速度上升。而目前我国果胶工业还相当落后, 只有四川绵阳、浙江衢州等为数不多的几个生产厂家, 生产规模小, 产品质量难与进口产品竞争, 且主要生产原料为柑桔皮, 尚无柚子果皮工业化生产的报道。柚子外皮丰厚, 富含果胶, 具有较高的食用和药用价值^[8,9]。从柚皮中提取果胶作为高附加值产品, 可提高原材料的利用率, 减少环境污染, 有重要的实际意义^[10]。有关果胶的制备方法, 文献^[11-13]报道的主要是采用常规的水浴加热法提取。本文采用微波加热法提取新鲜柚果皮中的果胶, 重点对果胶的脱色和提取工艺进行了研究, 为柚果皮的进一步开发利用提供科学依据。

1 材料与设备

1.1 主要的原料及试剂

柚子: 市售, 成熟, 新鲜无腐烂现象。

半乳糖醛酸: Sigma-Aldrich; 0.15% 咔唑乙醇溶液, 硫酸 (GR), 氨水 (AR), 硫酸铝 (AR); 配制用水为二次蒸馏水。

1.2 主要仪器

打浆机 (上海沃迪科技有限公司); 恒温水浴锅 (上海实验仪器厂); WD800B 格兰氏微波炉 (青岛海尔电器厂); LXJ-2 型离心沉淀机 (上海分析仪器厂); 756 型-紫外分光光度计 (上海光谱仪器有限公司); pHS-4CT 型精密酸度计 (上海大谱仪器有限公司); RE52-AAB 型旋转蒸发器 (温州奥利生物医学仪器厂); 电子天平 (德国赛多利斯公司) 等。

2 试验方法

2.1 果胶多糖提取的工艺流程

柚果皮 (预处理) → 乙醇回流脱色脱脂灭酶 → 酸萃取 → 微波

加热 → 过滤 → 收集提取液 → 盐析 → 离心 → 酸溶 → 醇析 → 干燥
↓
残渣 → 二次提取
↓
果胶成品

2.2 操作要点

2.2.1 原料的选择与处理

柚果皮可分为两层, 黄色外皮中含有大量的色素、柚精油和小分子糖类, 而果胶含量很少。果胶主要存在于白色的内皮中。但内外皮分离较困难, 不适于工业化生产, 因此本试验选取新鲜的柚果皮, 切成小块后, 用打浆机绞成 1~3 mm 的颗粒。称取一定量的绞碎的柚果皮, 放入烧杯中, 用清水洗涤数次, 备用。

2.2.2 脱色脱脂灭酶

柚果皮中含有色素、脂类、果胶酶等, 果胶酶对果胶有一定的分解作用。首先要对柚果皮进行灭酶预处理^[11]。考虑到乙醇回流既可灭果胶酶, 又能脱去柚果皮中的色素和脂类物质。本试验先用 95% 的乙醇对原料回流处理 0.5 h, 选脱色脱脂灭酶的柚果皮为提取原料。与资料^[11-13]相比省去了提取液的脱色工艺, 脱色效果良好, 且简单易行。

2.2.3 萃取果胶加热方法的选择

准确称取两份上述脱色灭酶的柚果皮 20 g, 加入蒸馏水 160 mL, 用 10% 盐酸调溶液 pH 值为 2.0。然后分别采用微波和常规的水浴加热处理, 工艺条件如下:

常规法: 料液比 1:8 (m/V), 温度 90℃, 时间 50 min;

微波法: 料液比 1:8 (m/V), 微波功率 800 W, 时间 6 min。

然后用绢布趁热过滤, 滤渣二次提取, 合并滤液, 得到半透明状果胶粗提液。

2.2.4 盐析

取 10.00 mL 酸萃取所得果胶粗提液, 边搅拌边加稀氨水, 调 pH 值为 3.7~3.8 后, 搅拌 0.5 h, 慢慢加入饱和硫酸铝溶液, 并调 pH 值为 7.0, 间歇搅动后静置 1 h, 过滤可得粗固体颗粒果胶盐。经水洗后, 在搅拌下加稀盐酸, 控制 pH 值 2.7~2.8, 转溶 0.5 h 后, 用无水乙醇沉降, 得无色凝胶, 经干燥得果胶成品。

2.3 半乳糖醛酸含量测定

参考文献^[14]方法, 以半乳糖醛酸标准品为标样绘制标准曲线, 咔唑-硫酸分光光度法测定。

2.4 果胶得率计算

果胶得率 (Y) = 获得果胶质量 / 原料总质量 × 100%

收稿日期: 2007-10-26 修订日期: 2008-08-13

作者简介: 刘焕云 (1968-), 女, 河北衡水人, 副教授, 主要从事天然产物的提取与开发方面的研究。石家庄 河北经贸大学生物科学与工程学院, 050061。Email: huanyunliu@sina.com

3 结果与分析

3.1 加热方法对果胶提取效果的比较

按 2.2.3 试验方法, 在相同的酸萃取条件下, 比较果胶的微波法与常规法提取效果。结果见表 1。

表 1 微波与常规的水浴加热法对果胶提取效果的比较
Table 1 Comparison of extraction effect between the methods of conventional water bath heating and microwave heating

方法	加热时间/min	体系 pH 的变化	果胶得率/%
微波法	6	2.6	5.1
常规法	50	4.6	4.6

从表 1 可看出, 微波法提取可大大缩短加热时间, 且果胶得率较常规法提高了 0.5%; 这可能是由于微波会造成分子间的碰撞与摩擦, 而产生热能使温度上升, 增大扩散系数, 同时碰撞和摩擦还会促使原料细胞破裂, 使果胶渗出并溶解在溶剂中^[15]。微波提取法体系的 pH 值变化小, 且操作方便。故选用酸萃取微波加热的方法提取。

3.2 微波加热时间对果胶提取效果的影响

选取微波功率 800 W, 盐酸萃取液 pH 值为 2.0, 料液比为 1:8, 盐析饱和硫酸铝用量为 6.00 mL, 改变微波加热时间制备果胶, 所得果胶多糖得率及半乳糖醛酸含量与微波加热时间的关系如图 1 所示。

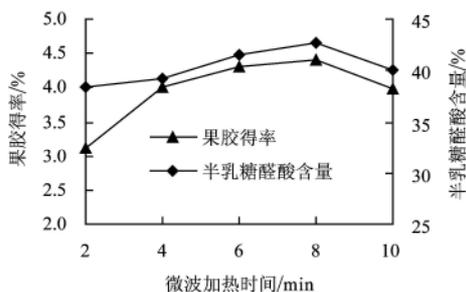


图 1 微波加热时间对提取效果的影响
Fig.1 Effects of microwave heating time on extraction

由图 1 可见, 微波加热时间的增加有利于提高果胶得率, 8 min 时达到峰值; 加热时间过长时, 果胶解酯、裂解, 会造成果胶得率下降。但半乳糖醛酸含量随加热时间的延长无显著变化。

3.3 微波功率对果胶提取效果的影响

选取微波加热时间为 8 min, 盐酸萃取液 pH 值为 2.0, 料液比为 1:8, 盐析饱和硫酸铝用量 6.00 mL, 分别在不同微波功率下提取果胶, 所得果胶得率及半乳糖醛酸含量与微波辐射功率之间的关系, 如图 2 所示。

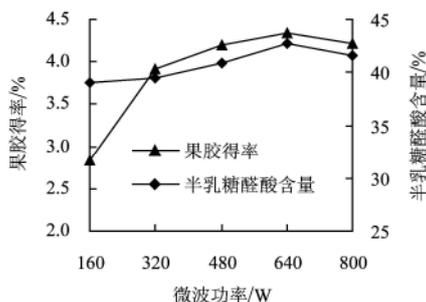


图 2 微波功率对果胶提取效果的影响
Fig.2 Effects of microwave output power on extraction

由图 2 可见, 随着微波功率的提高, 果胶得率增加显著。辐射功率为 640 W 时, 果胶得率达到最大。在固定时间内, 辐射功率较低时, 萃取液的温度也会比较低, 果胶质水解不充分, 使果胶得率降低; 同时, 如果辐射功率过高时, 萃取液的温度也相应较高, 果胶质水解强烈, 果胶脱酯降解, 从而也降低了果胶得率; 但微波功率对半乳糖醛酸含量无显著影响。

3.4 液料比对果胶提取效果的影响

选取微波功率为 640 W, 微波辐射时间为 8 min, 盐酸萃取液 pH 值为 2.0, 盐析饱和硫酸铝用量 6.00 mL, 改变液料比制备果胶, 所得果胶得率及半乳糖醛酸含量与液料比之间的关系, 如图 3 所示。

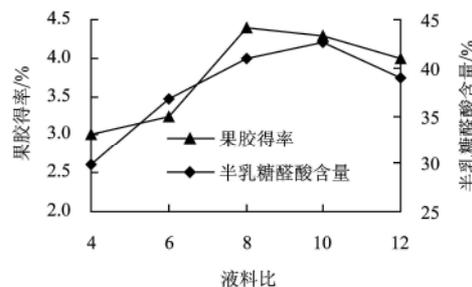


图 3 液料比对果胶提取效果的影响
Fig.3 Effects of solvent /material ratio on extraction

图 3 表明液料比低于 8:1 时不利于柚皮中的果胶转移到提取液中, 果胶得率和果胶的半乳糖醛酸含量均较低; 当液料比为 8:1 时, 果胶得率达到峰值, 而当液料比大于 10:1 时, 溶液中果胶浓度低, 加硫酸铝后生成果胶酸铝较少, 转化成果胶的量会相应下降。

3.5 硫酸铝用量对果胶提取效果的影响

选取微波功率 640 W, 微波辐射时间为 8 min, 盐酸萃取液 pH 值为 2.0, 液料比为 8:1, 改变硫酸铝用量制备果胶, 所得果胶得率及半乳糖醛酸含量与硫酸铝用量之间的关系(见图 4)。由图 4 可知, 饱和硫酸铝溶液用量在 6.00 mL 左右时, 果胶得率和半乳糖醛酸含量均较高。超过 6.00 mL 获得果胶的半乳糖醛酸含量降低, 主要由于果胶中铝离子的量有所增加的缘故。

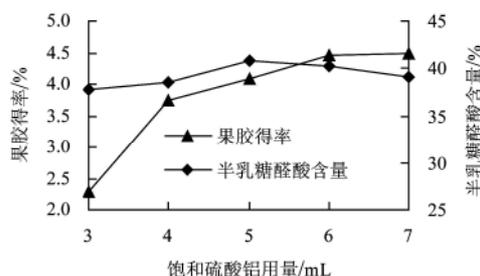


图 4 硫酸铝用量对果胶提取效果的影响
Fig.4 Effects of the quantity of aluminum sulfate on extraction

3.6 果胶提取工艺参数的优化

根据单因素试验结果, 选择 $L_9(3^4)$ 正交表进行试验, 以果胶得率为评价指标确定较佳提取工艺条件。结果见表 2 和表 3。

方差分析表明, B、C、D 3 种因素对柚果皮果胶得率有非常显著影响, A 因素对柚果皮果胶得率有显著影响。4 种因素的影响大小顺序为: $B > D > C > A$ 。柚果皮果胶多糖的微波提取工艺的较佳条件为 $A_3B_2C_2D_3$, 即在 pH 值 2.0 下, 微波功率 640 W, 加热时间为 8 min, 液料比为 8:1, 硫酸铝用量 6.00 mL。按此较佳条件进行提取, 果胶多糖的得率为 4.457%, 果胶的半乳糖醛酸含量为 42.58%。

表2 正交试验结果
Table 2 Orthogonal experiment and results

试验号	因素				果胶得率/%	
	微波时间 A/min	微波功率 B/W	液料比 C	硫酸铝用量 D/mL	Y_1	Y_2
1	4	480	6	4	3.738	3.627
2	4	640	8	5	4.351	4.373
3	4	800	10	6	4.236	4.335
4	6	480	8	6	4.062	4.156
5	6	640	10	4	4.251	4.265
6	6	800	6	5	4.112	4.135
7	8	480	10	5	4.032	4.089
8	8	640	6	6	4.346	4.331
9	8	800	8	4	4.190	4.205
K_1	4.110	3.951	4.048	4.046	—	—
K_2	4.164	4.320	4.223	4.182	—	—
K_3	4.199	4.202	4.201	4.244	—	—
R	0.089	0.369	0.175	0.198	—	—

表3 正交试验的方差分析
Table 3 Variance analysis of orthogonal experiment

方差来源	SS	df	MS	F 值	显著性
A	0.024	2	0.012	6.023	*
B	0.426	2	0.213	106.927	**
C	0.109	2	0.054	27.317	**
D	0.123	2	0.062	30.974	**
误差	0.018	9	0.002		

注: * 代表显著, ** 代表极显著。

4 结论

1) 微波与常规的水浴加热比较可显著缩短提取时间, 提高

果胶得率。

2) 微波加热提取柚果皮果胶的较佳工艺参数为: 液料比为 8 : 1, pH 值 2.0, 辐射功率 640 W, 微波加热时间 8 min, 盐析饱和硫酸铝用量与酸萃取液比例为 3 : 5; 果胶多糖的得率为 4.457%, 果胶的半乳糖醛酸含量为 42.58%。

[参 考 文 献]

- [1] Miyamoto A, Chang K C. Extraction and physicochemical characterization of pectin from sunflower head residues[J]. Journal of Food Science, 1992, 57(6): 1439-1443.
- [2] 田三德, 任红涛. 果胶生产技术工艺现状及发展前景[J]. 食品科技, 2003, (1): 53-55.
- [3] 王鸿飞, 李和生, 谢果凰, 等. 桔皮中果胶提取技术的试验分析[J]. 农业机械学报, 2005, 36(3): 82-85.
- [4] 彭 凯, 张 燕, 王似锦, 等. 微波干燥预处理对苹果渣提取果胶的影响[J]. 农业工程学报, 2008, 24(7): 222-226.
- [5] 任吉君, 王 艳, 孙秀华, 等. 盐析法提取红秋葵果胶的研究[J]. 食品科学, 2006, 27(12): 402-404.
- [6] 凌关庭. 果胶的新进展[J]. 食品工业, 1999, (3): 18-20.
- [7] 黄来发. 食品增稠剂[M]. 中国轻工业出版社, 2000: 37-38.
- [8] 曾凡芝. 从柚子皮中提取果胶的研究[J]. 实验室研究与探索, 2004, 23(6): 21.
- [9] 夏 红, 杜泉红, 李红芹. 酸解条件对香蕉皮中果胶提取率的影响[J]. 食品科学, 2005, 26(9): 269-271.
- [10] 龚盛昭, 杨卓如. 微波协同提取柚果皮果胶的条件优化研究[J]. 林业化学与工业, 2004, 24(4): 87-90.
- [11] 张 锐, 孙美榕. 十二烷基伯胺乙酸盐盐析法提取柚子果皮果胶多糖的研究[J]. 食品工业科技, 2006, 27(5): 120-122.
- [12] 汪海波, 汪芳安, 潘从道. 柑橘果皮果胶的改进提取工艺研究[J]. 食品科学, 2007, 28(2): 136-141.
- [13] 周艳红, 金征宇. 大豆果皮果胶多糖的提取工艺研究[J]. 食品工业科技, 2004, 25(3): 76-78.
- [14] 无锡轻工大学, 天津轻工业学院. 食品分析[M]. 北京:中国轻工业出版社, 2001, 156-158.
- [15] 张 平. 微波技术在农产品加工中的应用[J]. 农产品加工, 2003, (2): 31-34.

Extraction of pectin from shaddock peel by microwave heating

Liu Huanyun, Li Huili, Dun Boying

(College of Biology science and Engineering, Hebei Economics and trade University, Shijiazhuang 050061, China)

Abstract: Pectin was extracted from the fresh shaddock peel by the method of microwave heating, and the content of pectin in the extracting solution of fresh shaddock peel was determined by the method of carbazole spectrophotometric. The effects of such factors as the ratio of material to solvent, microwave output power, microwave heating time and the condition of salting-out on the extraction yield and its galacturonic acid. The orthogonal test design $L_9(3^4)$ was used to optimize the conditions of extraction. The results show that the microwave output power has significant effect on the extraction yield of pectin. Microwave heating time has little effect on the extraction yield of pectin. The optimum conditions are as follows: the ratio of water to material 8 : 1 at pH 2.0, microwave output power 640 W, treatment time 8 min, ratio of saturated aluminum sulfate to acid hydrolysis extraction solution 3 : 5. Under the optimized extraction conditions, the pectin yield and its galacturonic acid are 4.457% and 42.58%, respectively.

Key words: shaddock peel; pectin; the method of microwave heating